

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



b1

## Verfahren und Vorrichtung zur De-Sulfatierung einer Katalysatoreinrichtung

**Patent number:** DE19850757      **Also published as:**  
**Publication date:** 2000-02-17       WO0008311 (A1)  
**Inventor:** WENDT JUERGEN (DE); BOSSE ROLF (DE)       EP1102920 (A1)  
**Applicant:** VOLKSWAGENWERK AG (DE)       EP1102920 (B1)  
**Classification:**  
- **International:** F01N9/00; F01N3/02  
- **European:** F01N3/08B2, F01N3/023, F01N3/035, F01N3/08B4,  
F01N3/08B10B, F01N9/00, F01N9/00F,  
F02D41/02C4D1A, F02D41/02C4D5  
**Application number:** DE19981050757 19981104  
**Priority number(s):** DE19981050757 19981104; DE19981035799 19980807

### Abstract of DE19850757

The invention relates to a method for desulfurising a catalyst system such as a NOx accumulating catalyst (12) and/or a particle absorbing catalyst (16), which is mounted downstream from an internal combustion engine (10) operated with a lean mixture. According to said method, the high temperatures required for desulfurization are obtained at least partially by means of regeneration of a particle filter (14) which is preferably mounted upstream from the catalysts (12, 16) in the exhaust gas pipe (20) in such a manner that a satisfactory thermal coupling is guaranteed. In order to reduce thermal losses, the particle filter (14) is preferably placed with the NOx accumulating catalyst (12) and/or the article absorbing catalyst (16) in a common housing (18). The optimum time for desulfurization is determined as follows: the sulphur loading of the NOx accumulating catalyst (12) and/or the particle absorbing catalyst (16) and/or the particle loading of the particle filter (14) are determined and compared to predetermined threshold values. When one of these threshold values is exceeded, regeneration of the particle filter (14) and hence desulfurization of the upstream mounted catalysts (12, 16) are triggered. The invention also relates to an exhaust gas scrubbing device for implementing the inventive method. The inventive method and device are particularly suited to direct injection internal combustion engines.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

8 20147 3



⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENT- UND  
MARKENAMT

⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 198 50 757 A 1

⑯ Int. Cl. 7:

F 01 N 9/00

F 01 N 3/02

⑯ Aktenzeichen: 198 50 757.7  
⑯ Anmeldetag: 4. 11. 1998  
⑯ Offenlegungstag: 17. 2. 2000

⑯ Innere Priorität:

198 35 799.0 07. 08. 1998

⑯ Anmelder:

Volkswagen AG, 38440 Wolfsburg, DE

⑯ Erfinder:

Bosse, Rolf, 38440 Wolfsburg, DE; Wendt, Jürgen, 38442 Wolfsburg, DE

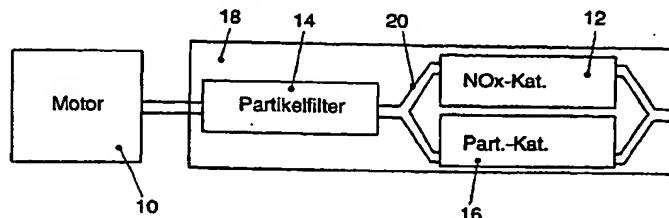
⑯ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE 197 06 608 A1  
DE 195 30 604 A1  
DE 44 31 558 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑯ Verfahren und Vorrichtung zur De-Sulfatierung einer Katalysatoreinrichtung

⑯ Es wird ein Verfahren zur De-Sulfatierung einer einer mager betriebenen Brennkraftmaschine (10) nachgeschalteten Katalysatoreinrichtung, wie z. B. ein NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator (12) und/oder Partikelkatalysator (16), beschrieben, bei dem die zur De-Sulfatierung erforderlichen hohen Temperaturen zumindest teilweise durch die Regeneration eines Partikelfilters (14) erzeugt werden, der den Katalysatoren (12, 16) im Abgasstrang (20) vorzugsweise einfach so vorgeschaltet wird, daß eine ausreichend gute Wärmekopplung gewährleistet ist. Zur Minimierung von Wärmeverlusten wird der Partikelfilter (14) hierbei vorzugsweise mit dem NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator (12) und/oder dem Partikelkatalysator (16) in einem gemeinsamen Gehäuse (18) angeordnet. Der optimale Zeitpunkt zur De-Sulfatierung wird dadurch ermittelt, daß die Schwefelbeladung des NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysators (12) und/oder des Partikelkatalysators (16) und/oder die Partikelbeladung des Partikelfilters (14) bestimmt und mit vorgegebenen Grenzwerten verglichen wird. Bei Überschreitung eines dieser Grenzwerte wird die Regeneration des Partikelfilters (14) und damit die De-Sulfatierung der nachgeschalteten Katalysatoren (12, 16) eingeleitet. Es wird auch eine Abgasreinigungsvorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens beschrieben. Das angegebene Verfahren und die zugehörige Vorrichtung sind insbesondere für Brennkraftmaschinen (10) mit Direkteinspritzung geeignet.



DE 198 50 757 A 1

DE 198 50 757 A 1

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur De-Sulfatierung einer einer mager betriebenen Brennkraftmaschine nachgeschalteten Katalysatoreinrichtung, wie z. B. ein NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator und/oder ein Partikelkatalysator. Die Erfindung betrifft zudem eine Abgasreinigungsvorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

Bei Verwendung schwefelhaltiger Kraftstoffe der heute üblichen Art werden an den katalytisch wirksamen Oberflächen der zur Abgasreinigung von mager betriebenen Brennkraftmaschinen oder Motoren eingesetzten Katalysatoreinrichtung, wie z. B. NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysatoren und/oder Partikelkatalysatoren stets auch stabile Sulfate gebildet, die zu einer schlechenden Vergiftung und damit zu einer allmählichen Desaktivierung der verwendeten Katalysatoreinrichtung führen. Im Unterschied zu einer Bleivergiftung bei 3-Weg-Katalysatoren ist eine solche Sulfatvergiftung jedoch vollständig oder zumindest überwiegend reversibel, sofern hinreichend hohe Katalysatortemperaturen von mehr als etwa 550°C und ein hinreichend hohes Schadstoffangebot bei geringem Restsauerstoffgehalt vorliegen.

In der Praxis wird daher durch Einstellung einer geeigneten Temperatur und Absenkung des Sauerstoffgehaltes, d. h. Verringerung des Lambda-Wertes, in periodischen Abständen eine Entschwefelung oder De-Sulfatierung durchgeführt. Bei Mager- und DI-Ottomotoren können die für eine Regeneration erforderlichen hohen Regenerationstemperaturen in weiten Bereichen des Motorkennfeldes durch einen auch langfristig möglichen Betrieb mit  $\lambda \leq 1$  erzielt werden. Bei Dieselmotoren, insbesondere bei DI-Dieselmotoren, ist jedoch wegen des grundsätzlich mageren Betriebs und der hohen Abgasmassenströme ein Erreichen der erforderlichen hohen De-Sulfatierungstemperaturen üblicherweise nicht möglich, da allenfalls im vollastnahmen Bereich entsprechende Temperaturen erreichbar sind. Allein durch Änderung der Motorbetriebsweise kann daher bei Dieselmotoren keine De-Sulfatierung sichergestellt werden, so daß insbesondere bei diesen Motoren ein großes Interesse an wirkungsvollen De-Sulfatierungsverfahren besteht.

Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein neues Verfahren zur De-Sulfatierung einer einer mager betriebenen Brennkraftmaschine oder einem Motor nachgeschalteten Katalysatoreinrichtung, wie z. B. ein NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator und/oder ein Partikelkatalysator zu schaffen, mit dem sich die für eine De-Sulfatierung erforderlichen hohen Temperaturen problemlos erzeugen und ausreichend lange aufrechterhalten lassen, um eine Regeneration der Katalysatoreinrichtung zu ermöglichen. Die Aufgabe besteht zudem in der Schaffung einer Abgasreinigungsvorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die erforderliche De-Sulfatierungstemperatur zumindest teilweise durch die Regeneration eines Partikelfilters erzeugt wird, das vorzugsweise der verwendeten Katalysatoreinrichtung im Abgasstrang einfach so vorgeschaltet wird, daß eine ausreichend gute Wärmekopplung gegeben ist. Durch Regeneration des Partikelfilters, d. h. Abbrennen der gespeicherten Kohlenstoffmasse, in gewissen zeitlichen Abständen wird die verwendete Katalysatoreinrichtung, die vorzugsweise einen NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator und/oder einen Partikelkatalysator umfaßt, somit für einen hinreichend langen Zeitraum so stark erhitzt, daß der eingelagerte Schwefel in Form schwefelhaltiger Verbindungen, wie z. B. SO<sub>2</sub>, freigesetzt wird und die Katalysatoroberfläche ihre ursprüngliche katalytische Aktivität im wesentlichen zurück erhält. Erfindungsgemäß wird somit einfach die bei der Regeneration eines Partikelfilters freiwerdende Wärme zur Re-

generation der desaktivierten Katalysatoroberfläche verwendet, so daß temperaturerhöhende Maßnahmen der aus dem Stand der Technik bekannten Art im wesentlichen unterbleiben können oder allenfalls zur Optimierung des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzt werden.

Der optimale Zeitpunkt für eine Regeneration wird vorzugsweise dadurch ermittelt, daß die Schwefelbeladung der Katalysatoreinrichtung und/oder die Partikelbeladung des Partikelfilters mittels bekannter Verfahren bestimmt und mit vorbestimmten Grenzwerten verglichen wird, die beispielsweise ein Absinken der katalytischen Aktivität unter einen gerade noch zulässigen Minimalwert infolge einer zu hohen Schwefelbeladung bzw. einen Anstieg der beim Abbrennen gespeicherter Kohlenstoffpartikel freiwerdenden Energie in einen Bereich anzeigen in dem die De-Sulfatierung nicht mehr kontrolliert ablaufen würde und mit einer eventuellen Schädigung der Katalysatoreinrichtung oder des Katalysatorsystems zu rechnen wäre. Bei Überschreiten zumindest eines dieser Grenzwerte wird daher automatisch eine Regeneration des Partikelfilters und damit auch eine Regeneration der vergifteten Katalysatoreinrichtung eingeleitet.

Zur Optimierung des erfindungsgemäßen Verfahrens, das wegen der auftretenden Partikelemission insbesondere für Brennkraftmaschinen mit Direkteinspritzung geeignet ist, wird die Brennkraftmaschine während der De-Sulfatierung vorzugsweise im fetten Bereich betrieben, um ausreichend hohe Reaktionsgeschwindigkeiten mit entsprechend kurzen De-Sulfatierungszeiten erreichen zu können.

Um die bei der Regeneration des Partikelfilters freiwerdende Energie unter Vermeidung von Wärmeverlusten möglichst gut ausnutzen zu können, wird der Partikelfilter benachbart zu der Katalysatoreinrichtung angeordnet, wobei der Abstand vorzugsweise maximal 1 m beträgt. Eine optimale Energieausnutzung ergibt sich bei einer Integration der genannten Bauteile in einem gemeinsamen Gehäuse, da hierbei die Wärmeverluste minimiert werden.

Eine Abgasreinigungsvorrichtung zur Durchführung dieses erfindungsgemäßen Verfahrens umfaßt eine Katalysatoreinrichtung, wie z. B. ein NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator und/oder ein Partikelkatalysator, ein Partikelfilter und eine Wärmeübertragungseinrichtung zur Übertragung der bei einer Regeneration des Partikelfilters, d. h. bei einem Abbrennen der dort gespeicherten Kohlenstoffmasse, freiwerdenden Energie auf die Katalysatoreinrichtung. Diese ist dem Partikelfilter in der Abgasanlage einfach so nachgeschaltet, daß eine ausreichend gute Wärmekopplung zur Erzeugung der zur De-Sulfatierung erforderlichen hohen Temperatur gegeben ist.

Zur Bestimmung der optimalen De-Sulfatierungs- bzw. Filterregenerationszeitpunktes und als Schutz der Katalysatoreinrichtung gegen eine zu hohe Wärmelastung beim Abbrennen der gespeicherten Partikelmasse, umfaßt die Abgasreinigungsvorrichtung erfindungsgemäß vorzugsweise eine Einrichtung zum Bestimmen der Partikelbeladung des Partikelfilters und/oder der Schwefelbeladung der Katalysatoreinrichtung. Die bestimmten Beladungswerte werden von der Einrichtung mit vorgegebenen Grenzwerten verglichen, bei deren Überschreiten automatisch eine Regeneration des Partikelfilters eingeleitet wird, so daß die Funktionstüchtigkeit der Katalysatoreinrichtung bzw. der Abgasreinigungsvorrichtung und die ordnungsgemäße Reinigung der Abgase jederzeit gewährleistet ist.

Weitere bevorzugte Ausgestaltungen der erfindungsgemäßen Abgasreinigungsvorrichtung sind den Unteransprüchen 15-18 zu entnehmen.

Weitere Merkmale und Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens und der erfindungsgemäßen Vorrichtung ergeben sich nicht nur aus den zugehörigen Ansprüchen – für sich

und/oder in Kombination – sondern auch aus der nachfolgenden Beschreibung bevorzugter Ausführungsbeispiele in Verbindung mit den zugehörigen Zeichnungen. In den Zeichnungen zeigen in schematischer Darstellung:

**Fig. 1** eine erste Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Abgasreinigungsvorrichtung;

**Fig. 2** eine zweite Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Abgasreinigungsvorrichtung; und

**Fig. 3** eine dritte Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Abgasreinigungsvorrichtung.

**Fig. 1** zeigt einen mager betriebenen Motor 10, wie z. B. einen Direkteinspritzer-Dieselmotor, mit einer nachgeschalteten Abgasreinigungsvorrichtung 12, 14, die einen NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator 12 zur Speicherung von Stickoxiden und einen Partikelfilter 14 zur Verringerung der Partikel-emission im Abgas umfaßt. Der Partikelfilter 14 ist hierbei in einem Abstand von maximal 1 m vor dem NO<sub>x</sub>-Speicher-katalysator 12 im Abgasstrang angeordnet, um unnötige Wärmeverluste über die Abgasleitung 20 zu vermeiden und die bei der Regeneration des Partikelfilters 14 freiwerdende Wärme möglichst optimal zur De-Sulfatierung des Katalysators 12 ausnutzen zu können.

Während des Motorbetriebes wird durch eine (nicht darstellte) Einrichtung die Schwefelbeladung des NO<sub>x</sub>-Spei-cherkatalysators 12 und die Partikelbeladung des Partikelfil-ters 14 bestimmt und mit vorgegebenen Grenzwerten vergli-chen, die einem Absinken der katalytischen Aktivität, d. h. der NO<sub>x</sub>-Speicherfähigkeit, unter einen vorgegebenen Mini-malwert bzw. einer nicht mehr tolerierbaren Wärmebeladung des Katalysators 12 beim Abbrennen der in dem Parti-kelfilter 14 gespeicherten Kohlenstoffpartikel entsprechen. Beim Unterschreiten eines dieser Grenzwerte wird automatisch die Regeneration des Partikelfilters 14, d. h. das Ab-brennen der dort gespeicherten Kohlenstoffmasse eingelei-tet, wobei der nachgeschaltete Katalysator 12 für eine hin-reichend lange Zeit auf eine zur De-Sulfatierung geeignete 35 Temperatur erhitzt und der eingelagerte Schwefel im we-sentlichen in Form schwefelhaltiger Verbindungen, wie z. B. SO<sub>2</sub>, freigesetzt wird. Die Katalysatoroberfläche erhält hierdurch ihre katalytische Wirksamkeit und ihre Fähigkeit 40 zum Einlagern von Stickoxiden zurück.

Zur Steigerung der Reaktionsgeschwindigkeit, d. h. zur Verringerung der De-Sulfatierungszeit, wird der Motor 10 während einer solchen De-Sulfatierung im fetten Bereich betrieben und der Lambda-Wert durch ein geeignetes Mo-tormanagement, wie z. B. Schließen einer Drosselklappe und Erhöhung der Einspritzmenge, auf einen Wert von we-niger als 1 abgesenkt.

Die Abgasreinigungsvorrichtung 12, 14 kann anstatt des NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysators 12 auch einen Partikelfilterkatalysator oder dergleichen umfassen. In diesem Fall wird neben der Partikelbeladung des Partikelfilters 14 die Schwefelbeladung des Partikelfilterkatalysators bestimmt und zur Steuerung des Regenerationsprozesses der Abgasreinigungsvorrich-tung verwendet.

Bei dem in **Fig. 2** dargestellten Ausführungsbeispiel um-faßt die Abgasreinigungsvorrichtung zusätzlich zu dem NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator 12 noch einen parallel geschal-ten Partikelfilterkatalysator 16. Die beiden Katalysatoren 12, 16 sind auch hier wiederum zur Gewährleistung einer guten 55 Wärmekopplung in einem Abstand von weniger als einem Meter hinter dem Partikelfilter 14 im Abgasstrang 20 ange-ordnet.

Zur Steuerung des Regenerationsvorgangs der Abgasre-i-nigungsvorrichtung 12, 14, 16 wird neben der Partikelbeladung des Partikelfilters 14 die Schwefelbeladung des NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysators und des Partikelfilterkatalysators 16 be-stimmt und mit vorgegebenen maximal zulässigen Beladun-65 gen verglichen. Bei Überschreiten zumindest einer dieser Grenzwerte wird automatisch wiederum eine Regeneration des Partikelfilters 14 eingeleitet. Die hierbei freiwerdende Wärme wird über die Abgasleitung 20 auf die beiden Kata-lysatoren 12, 16 übertragen, die aufgrund ihrer parallelen Anordnung gleichzeitig von den erwärmten Abgasen um-strömt und dabei gleichzeitig de-sulfatiert werden.

Bei dem in **Fig. 3** dargestellten Ausführungsbeispiel sind der Partikelfilter 14, der NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator 12: und 10 der Partikelfilterkatalysator 16 zur Minimierung von Wärmever-lusten entsprechend der in **Fig. 2** dargestellten Anordnung dicht zueinander beabstandet in einem gemeinsamen Ge-häuse 18 integriert.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur De-Sulfatierung einer einer mager be-triebnen Brennkraftmaschine (10) nachgeschalteten Katalysatoreinrichtung (12, 16) durch Einstellung einer vorbestimmten De-Sulfatierungstemperatur, dadurch gekennzeichnet, daß die vorbestimmte De-Sulfatierungstemperatur zumindest teilweise durch die Rege-neration eines Partikelfilters (14) erzeugt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeich- net, daß die Katalysatoreinrichtung (12, 16) einen NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator (12) und/oder einen Partikelfilterkatalysator (16) umfaßt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekenn- zeichnet, daß der Partikelfilter (14) der Katalysatoreinrich-tung (12, 16) vorgeschaltet wird.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprü- che, dadurch gekennzeichnet, daß die Schwefelbeladung der Katalysatoreinrichtung (12, 16) bestimmt und bei Überschreitung eines vorbestimmten Grenzwertes die Regeneration des Partikelfilters (14) eingeleitet wird.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprü- che, dadurch gekennzeichnet daß die Partikelbeladung des Partikelfilters (14) bestimmt und bei Überschrei-tung eines vorbestimmten Grenzwertes die Regenera-tion des Partikelfilters (14) eingeleitet wird.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprü- che, dadurch gekennzeichnet, daß die Brennkraftmaschine (10) bei der De-Sulfatierung im fetten Bereich betrieben wird.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprü- che, dadurch gekennzeichnet, daß die Brennkraftmaschine (10) ein Direkteinspritzer-Ottomotor oder ein entspre-chender Dieselmotor ist.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprü- che, dadurch gekennzeichnet, daß der Partikelfilter (14) zur Schaffung einer ausreichend guten Wärmekopplung benachbart zu der Katalysatoreinrichtung (12, 16) angeordnet wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeich- net, daß der Abstand weniger als 1 m beträgt.
10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekenn- zeichnet, daß der Partikelfilter (14) mit der Kata-lysatoreinrichtung (12, 16) in einem Gehäuse (18) an-geordnet wird.
11. Abgasreinigungsvorrichtung für eine Brennkraft- maschine (10) mit einer Katalysatoreinrichtung (12, 16), gekennzeichnet durch ein Partikelfilter (14) und eine Wärmeübertragungseinrichtung (20) zur Übertra-gung der bei einer Regeneration des Partikelfilters (14) freiwerdenden Wärme auf die Katalysatoreinrichtung (12, 16).
12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekenn-

zeichnet, daß die Katalysatoreinrichtung (12, 16) einen NO<sub>x</sub>-Speicherkatalysator (12) und/oder einen Partikelkatalysator (16) umfaßt.

13. Vorrichtung nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Partikelfilter (14) der Katalysatoreinrichtung (12, 16) vorgeschaltet ist. 5

14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 13, gekennzeichnet durch eine Einrichtung zur Bestimmung der Partikelbeladung des Partikelfilters (14) und/oder der Schwefelbeladung der Katalysatoreinrichtung (12, 16). 10

15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Brennkraftmaschine (10) ein Direkteinspritzer-Ottomotor oder ein entsprechender Dieselmotor ist. 15

16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß der Partikelfilter (14) zur Schaffung einer ausreichend guten Wärmekopplung benachbart zu der Katalysatoreinrichtung (12, 16) angeordnet ist. 20

17. Vorrichtung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Abstand weniger als 1 m beträgt.

18. Vorrichtung nach Anspruch 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, daß der Partikelfilter (14) mit der Katalysatoreinrichtung (12, 16) in einem Gehäuse (18) 25 angeordnet ist.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

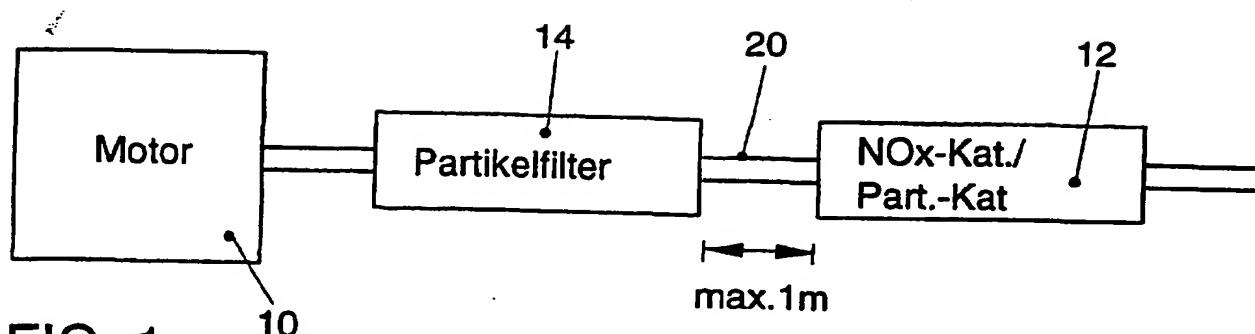


FIG. 1

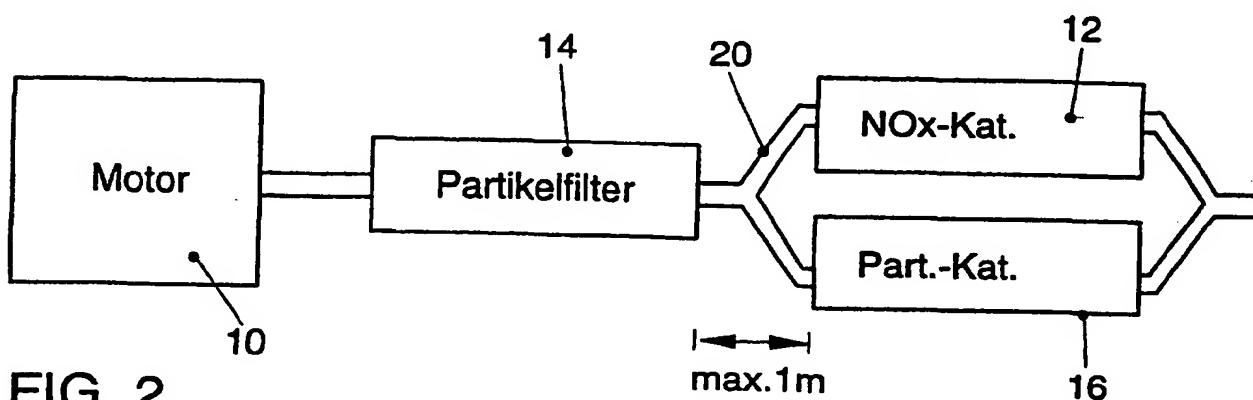


FIG. 2

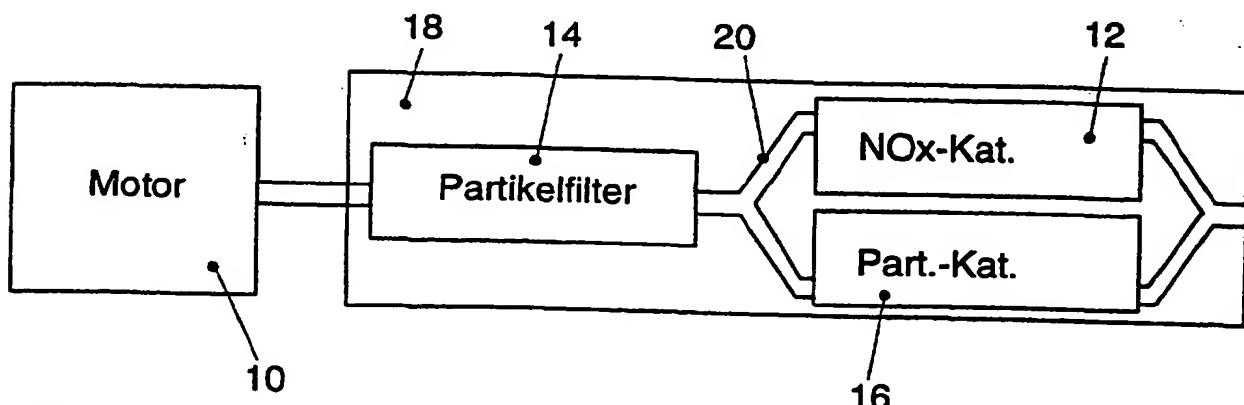


FIG. 3

**- Leerseite -**